



#2

## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:** 100 56 193.4

**Anmeldetag:** 13. November 2000

**Anmelder/Inhaber:** Bayer Aktiengesellschaft,  
Leverkusen/DE

**Bezeichnung:** Zuckersaftentfärbung mittels monodisperser  
Anionenaustauscher

**IPC:** C 13 D 3/14

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 06. September 2001  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
**Der Präsident**  
Im Auftrag

Weiner

**Zuckersaftentfärbung mittels monodisperser Anionenaustauscher**

Die vorliegende Anmeldung betrifft ein Verfahren zur Entfärbung von Zuckersäften  
5 mit monodispersen Ionenaustauschern sowie die Verwendung monodisperser Ionen-  
austauscher zur Zuckersaftentfärbung. Bevorzugt werden monodisperse Anionenaus-  
tauscher zur erfindungsgemäßen Verwendung eingesetzt.

Für die vereinfachte Herstellung hochwertiger Zucker, die Verbesserung der Aus-  
10 beute oder für die Produktion von Flüssigzucker ist eine weitgehende Entfärbung  
oder Entsalzung der Rohzuckerlösungen üblich. So erlauben beispielsweise höhere  
Farbgehalte im Zuckersirup ohne weiteres nicht die Herstellung von hochwertiger  
Raffinade oder wasserklaren Flüssigzuckersirupen. Die Bereitstellung derartiger  
Zuckerqualitäten wird heute aber von den meisten Konsumenten gefordert; beispiels-  
15 weise als Haushaltszucker oder in der Getränkeindustrie.

Zucker wird von zahlreichen Pflanzen produziert. Wirtschaftlich gesehen wichtig ist  
die Gewinnung von Zucker aus Zuckerrüben und Rohrzucker aus Zuckerrohr.

Bei der Zuckererzeugung wird entweder durch Extraktion der Rübenschnitzel mit  
20 heißem Wasser oder durch Pressung von Zuckerrohr eine Rohzuckerlösung, der so-  
genannte Dünnsaft oder Presssaft gewonnen. Er enthält neben den Zuckeranteilen je  
nach Herkunft wechselnde Nichtzuckeranteile wie Alkali- und Erdalkali-, Chlorid-  
und Sulfationen, Pyrrolidoncarbon- und Aminosäuren. Während der Auf-  
konzentration der Presssäfte werden weitere Farbstoffe wie Karamellfarbstoffe und  
25 Melanoidine gebildet.

In Zuckern vorliegende farbige Inhaltsstoffe sind überwiegend anionischer Natur. Es  
liegt eine große Anzahl verschiedener Substanzen vor, von denen einige hoch-  
30 molekularer Natur sind. Sie können zum Beispiel Carboxylgruppen, Aminogruppen,  
phenolische Gruppen und andere Strukturelemente enthalten.

Die Entfärbung von Zuckerlösungen kann bei hochfarbhaltigen Rohlösungen (>1000 Icumsa) durch Fällungsverfahren auf Basis Carbonatation, Sufitation oder Phosphatation durchgeführt werden. Geringer gefärbte Lösungen (<1000 Icumsa) werden entweder durch physikalische Verfahren, wie Kristallisation oder durch Adsorptionsverfahren mittels Ionenaustauschern oder Aktiv-Kohle entfärbt.

Der Farbstoffgehalt der Lösungen wird durch eine photometrische Messung bei 420 nm ermittelt. Die Einzelheiten werden in den Untersuchungsmethoden erläutert. Die Einheit für den Farbstoffgehalt ist Icumsa.

Icumsa ist gleich dem Produkt  $1000 \cdot E_{\text{koe}}$ .

$E_{\text{koe}}$  ist gleich dem Extinktionskoeffizient.

Für die Entfärbung von Zuckerlösungen stehen perlformige Adsorberharze auf Basis von vernetztem Polystyrol/Divinylbenzol oder auf Polyacrylatbasis zur Verfügung. Die Adsorberharze sind in der Regel starkbasische Anionenaustauscher mit unterschiedlicher Porosität. Je nach Anwendungsfall werden entweder makroporöse oder gelförmige Typen bevorzugt eingesetzt. Entsprechend des Farbstoffangebots wird ein-, zwei- oder dreistufig gearbeitet. Kombinationen unterschiedlichster Ionenaustauscher auf Basis Acrylat und/oder Styrol/Divinylbenzol einerseits sowie makroporöse- und/oder gelförmige Typen andererseits sind denkbar.

Bei der Fixierung von gefärbten Zuckerinhaltsstoffen auf stark basischen Anionenaustauschern sind im wesentlichen zwei Mechanismen beteiligt: ionische Wechselwirkungen zwischen anionischen Farbkomponenten und den Ladungen auf dem Ionenaustauscher sowie hydrophobe Wechselwirkungen zwischen apolaren Teilen der Farbkomponenten und der Styrol Divinylbenzol Matrix – M. Bento, Int.Sugar JNL., 1998, vol. 100, No.1191, Seite 111.

In der US-A 2 874 132 werden gelförmige stark basische Anionenaustauscher mit quartären Ammoniumgruppen auf der Basis von Styrol/Divinylbenzol mit Divinylbenzolgehalten von 0,5 bis 2 Gew.-% zur Zuckersaftentfärbung eingesetzt. Die Anionenaustauscher werden insbesondere in Mischbetten zusammen mit schwach sauren Kationenaustauschern eingesetzt.

In der US-A 4 193 817 werden makroporöse stark basische Anionenaustauscher mit quartären Ammoniumgruppen in der Chloridform auf der Basis von Styrol/Divinylbenzol zur Zuckersaftentfärbung von Rohrzuckern eingesetzt. Die Ionenaustauscher werden dabei in Säulen gefüllt. Mindestens zwei Säulen werden in Serie hintereinander geschaltet.

In einer Informationsschrift der Firma Rohm & Haas , amber – hi – lites, Nr. 108, November 1968, Seite 239, wird der Einsatz stark basischer gelförmiger und makroporöser Anionenaustauscher zur Entfärbung von Rohr – und Rübenzuckerlösungen beschrieben.

Makroporöse Anionenaustauscher und Acrylharze besitzen eine größere Aufnahmefähigkeit für Farbstoffkomponenten und zeigen eine höhere physikalische Stabilität als gelförmige Anionenaustauscher bei Zuckersaftentfärbungen.

Die Leistungsfähigkeit der perlförmigen Adsorberharze wird u.a. bestimmt durch die Porosität, die innere Oberfläche, die Partikelgröße und den Funktionalisierungsgrad. Feine Partikel haben eine größere äußere Oberfläche und dadurch bedingt eine bessere Adsorptionsfähigkeit. Jedoch sind aufgrund der hohen Viskosität der hochkonzentrierten Zuckersirupe und der sich beim Filtrieren der Zuckerlösung durch das Adsorberharzbett sehr schnell einstellende maximale zulässige Druckverlust enge Grenzen gesetzt. Grobe Perlen verursachen hingegen nur einen niedrigen Druckverlust, zeichnen sich aber durch geringere Adsorptionsfähigkeit gegenüber den Zuckerfarben aus.

Die gemäß dem Stand der Technik eingesetzten Ionenaustauscher und Adsorber sind Perlpolymerisate mit einer breiten Perlgrößenverteilung (heterodisperse Ionenaustauscher). Der Perldurchmesser dieser Adsorberharze liegt im Bereich von ca. 0,3 bis 1,2 mm. Die Herstellung der ihnen zugrunde liegenden Perlpolymerisate kann nach  
5 bekannten Methoden der Suspensionspolymerisation erfolgen, vgl. Ullmann's Encyclopedie of Industrial Chemistry, 5 th ed., Vol. A 21, 363 – 373, VCH Verlagsgesellschaft mbh, Weinheim 1992.

10 Bedingt durch die Anwesenheit von Ionenaustauschern unterschiedlicher Größe zeigen die Perlen unterschiedliche Adsorptionsfähigkeiten für die Farbstoffe. Dies führt zu einer breiten Adsorptions- und Trennfront.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war daher die Suche nach geeigneten Ionenaustauschern, die die Nachteile der breiten Adsorptionsfront und Trennfront vermeiden und mit deren Hilfe man Zuckersäfte von hoher Qualität und Güte erhält. Die  
15 hohe Qualität und Güte zeigt sich in möglichst geringer Verfärbung der Zuckersäfte.

In jüngster Zeit haben Ionenaustauscher mit möglichst einheitlicher Teilchengröße (monodisperse Ionenaustauscher) bei anderen Anwendungen zunehmend an Bedeutung gewonnen.  
20

Monodisperse Ionenaustauscher besitzen im Vergleich zu heterodispersen Ionenaustauschern unter anderem folgende Vorteile:  
einen niedrigeren Druckverlust, eine höhere nutzbare Kapazität, eine verbesserte  
25 Kinetik und scharfe Trennfronten, sowie eine höhere mechanische und osmotische Stabilität.

Monodisperse Ionenaustauscher können durch Funktionalisierung von monodispersen Perlpolymerisaten erhalten werden.  
30

Als monodispers werden in der vorliegenden Anmeldung solche Stoffe bezeichnet, bei denen mindestens 90 Volumen- oder Massen-% der Teilchen einen Durchmesser besitzen, der in dem Intervall mit der Breite von  $\pm 10$  % des häufigsten Durchmessers um den häufigsten Durchmesser herum liegt. Beispielsweise liegen dann bei einem  
5 Perlpolymerisat dessen Kügelchen einen häufigsten Durchmesser von 0,50 mm aufweisen, mindestens 90 Volumen- oder Massen-% in einem Größenintervall zwischen 0,45 mm und 0,55 mm, oder bei einem Perlpolymerisat, dessen Kügelchen einen häufigsten Durchmesser von 0,70 mm aufweisen mindestens 90 Volumen- oder Massen-% in einem Größenintervall zwischen 0,77 mm und 0,63 mm.

Die Ionenaustauscher können als mikroporöse oder gelförmige bzw. makroporöse Perlpolymerisate vorliegen bzw. eingesetzt werden.

Die Begriffe mikroporös oder gelförmig bzw. makroporös sind aus der Fachliteratur  
15 bekannt, beispielsweise aus Adv. Polymer Sci., Vol. 5, Seiten 113 - 213 (1967).

Eine der Möglichkeiten, monodisperse Ionenaustauscher herzustellen, besteht im sogenannten seed/feed-Verfahren, wonach ein monodisperses nichtfunktionalisiertes Polymerisat ("Saat") in Monomer gequollen, und dieses dann polymerisiert wird.  
20 Seed/feed-Verfahren werden beispielsweise in den Patentschriften EP-0 098 130 B1, EP-0 101 943 B1, EP-A 418 603, EP-A 448 391, EP-A 0 062 088, US-A 4 419 245 beschrieben.

Eine andere Möglichkeit monodisperse Ionenaustauscher herzustellen besteht darin,  
25 die zugrundeliegenden monodispersen Perlpolymerisate nach einem Verfahren herzustellen, bei dem die einheitlich ausgebildeten Monomertropfen durch Schwingungsanregung eines laminaren Stromes von Monomeren gebildet und anschließend polymerisiert werden, siehe US-A 4 444 961, EP-0 046 535, DE-A- 19954393.

Bei der Herstellung der makroporösen, monodispersen Perlpolymerisate wird ein einheitlich ausgebildeter Tropfen aus einem Monomer- / Porogengemisch durch  
30

Schwingungsanregung eines laminaren Stromes eines Gemisches von Monomeren und Porogen gebildet und anschließend polymerisiert.

5 Die für die erfindungsgemäße Verwendung einzusetzenden Anionenaustauscher liegen als Perlpolymerisate in monodisperser Form vor. Sie enthalten sekundäre oder tertiäre Aminogruppen oder quartäre Ammoniumgruppen oder deren Gemische. So ist der Einsatz von Anionenaustauschern mit Trimethylamin, Dimethyl- bzw. Dimethyl-, Hydroxyethylammoniumgruppen gebräuchlich.

10 Sie bestehen aus vernetzten Polymerisaten, ethylenisch einfach ungesättigter Monomeren, die zum überwiegenden Teil aus mindestens einer Verbindung der Reihe Styrol, Vinyltoluol, Ethylstyrol,  $\alpha$ -Methylstyrol oder deren kernhalogenierte Derivate wie Chlorstyrol bestehen; sie können daneben auch eine oder mehrere Verbindungen aus der Reihe Vinylbenzylchlorid, Acrylsäure, ihre Salze oder ihre  
15 Ester, insbesondere ihren Methylester, ferner Vinylnaphthaline, Vinylxylol oder die Nitrile oder Amide von Acryl- oder Methacrylsäuren enthalten.

Die Polymerisate sind vernetzt - vorzugsweise durch Copolymerisation mit vernetzenden Monomeren mit mehr als einer, vorzugsweise mit 2 oder 3, copolymerisierbaren C=C-Doppelbindung(en) pro Molekül. Solche vernetzenden Monomeren umfassen beispielsweise polyfunktionelle Vinylaromaten wie Di- oder Trivinylbenzole, Divinylethylbenzol, Divinylnaphthalin, Divinyltoluol, Divinylxylol, Divinylethylbenzol, Divinyl-  
20 naphthalin, polyfunktionelle Allylaromaten wie Di- oder Triallylbenzole, polyfunktionelle Vinyl- oder Allylheterocyclen wie Trivinyl- oder Triallylcyanurat oder -isocyanurat, N,N'-C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylendiacylamide oder -dimethacrylamide wie N,N'-Methylendiacylamid oder -dimethacrylamid, N,N'-Ethylendiacylamid oder -dimethacrylamid, Polyvinyl- oder Polyallylether gesättigter C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>-Polyole mit 2 bis 4 OH-Gruppen pro Molekül, wie z.B. Ethylenglykoldivinyl- oder -diallylether oder Diethylenglykoldivinyl- oder -diallylether, Ester ungesättigter C<sub>3</sub>-C<sub>12</sub>-Alkohole  
25 oder gesättigter C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>-Polyole mit 2 bis 4 OH-Gruppen pro Molekül wie Allylmethacrylat, Ethylenglykoldi(meth)acrylat, Glycerintri(meth)acrylat, Pentaerythrit-  
30

tetra(meth)acrylat, Divinylethylenharnstoff, Divinylpropylenharnstoff, Divinyladipat, aliphatische oder cycloaliphatische Olefine mit 2 oder 3 isolierten C=C-Doppelbindungen wie Hexadien-1,5, 2,5-Dimethylhexadien-1,5, Octadien-1,7, 1,2,4-Trivinylcyclohexan. Als vernetzende Monomere haben sich Divinylbenzol (als Isomeren-

5 gemisch) sowie Mischungen aus Divinylbenzol und aliphatischen C<sub>6</sub>-C<sub>12</sub>-Kohlenwasserstoffen mit 2 oder 3 C=C-Doppelbindungen besonders bewährt. Die vernetzenden Monomeren werden im allgemeinen in Mengen von 1 bis 80 Gew.-%, vorzugsweise 2 bis 25 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge der eingesetzten polymerisierbaren Monomeren, eingesetzt.

10

Die vernetzenden Monomeren müssen nicht in reiner Form, sondern können auch in Form ihrer technisch gehandelten Mischungen minderer Reinheit (wie z.B. Divinylbenzol in Mischung mit Ethylstyrol) eingesetzt werden.

15

Die Copolymerisation von Monomer und Vernetzer wird üblicherweise durch Radikalbildner initiiert, die monomerlöslich sind. Bevorzugte radikalbildende Katalysatoren umfassen beispielsweise Diacylperoxide wie Diacetylperoxid, Dibenzoylperoxid, Di-p-chlorbenzoylperoxid, Lauroylperoxid, Peroxyester wie tert.-Butylperoxyacetat, tert.-Butylperoxoat, tert.-Butylperoxypivalat, tert.-Butylperoxy-2-ethylhexanoat,

20 tert.-Butylperoxybenzoat, Dicyclohexylperoxydicarbonat, Alkylperoxide wie Bis-(tert.-butylperoxybutan), Dicumylperoxid, tert.-Butylcumylperoxid, Hydroperoxide wie Cumolhydroperoxid, tert.-Butylhydroperoxid, Ketonperoxide wie Cyclohexanon-hydroperoxid, Methylethylketonhydroperoxid, Acetylacetonperoxid oder - vorzugsweise Azoisobutyrodinitril.

25

Die Radikalbildner können in katalytischen Mengen, d.h. vorzugsweise 0,01 bis 2,5 Gew.-%, insbesondere 0,12 bis 1,5 Gew.-%, bezogen auf die Summe von Monomer und Vernetzer, eingesetzt werden.

30

Die wasserunlösliche Monomer/Vernetzer-Mischung wird einer wässrigen Phase zugesetzt, die vorzugsweise zur Stabilisierung der Monomer/Vernetzer-Tröpfchen in

der dispersen Phase und den daraus entstehenden Perlpolymerisaten mindestens ein Schutzkolloid enthält. Als Schutzkolloide sind natürliche und synthetische wasserlösliche Polymere, wie z.B. Gelatine, Stärke, Polyvinylalkohol, Polyvinylpyrrolidon, Polyacrylsäure, Polymethacrylsäure oder Copolymerisate aus (Meth)acrylsäure oder (Meth)acrylsäureestern bevorzugt. Sehr gut geeignet sind auch Cellulosederivate, insbesondere Celluloseether oder Celluloseester, wie Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxypropylcellulose, Hydroxyethylcellulose oder Carboxymethylcellulose. Die Einsatzmenge der Schutzkolloide beträgt im allgemeinen 0,02 bis 1 Gew.-%, vorzugsweise 0,05 bis 0,3 Gew.-%, bezogen auf die Wasserphase.

Das Gewichtsverhältnis wässrige Phase/organische Phase liegt im Bereich von vorzugsweise 0,5 bis 20, insbesondere 0,75 bis 5.

Nach einer besonderen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden die Basispolymerisate während der Polymerisation in Anwesenheit eines Puffersystems hergestellt. Bevorzugt werden Puffersysteme, die den pH-Wert der Wasserphase bei Beginn der Polymerisation auf einen Wert zwischen 14 und 6, vorzugsweise zwischen 12 und 8 einstellen. Unter diesen Bedingungen liegen Schutzkolloide mit Carbonsäuregruppen ganz oder teilweise als Salze vor. Auf diese Weise wird die Wirkung der Schutzkolloide günstig beeinflusst. Die Puffer-Konzentration in der Wasserphase beträgt vorzugsweise 0,5 bis 500 mmol, insbesondere 2,5 bis 100 mmol pro Liter wässriger Phase.

Zur Herstellung monodisperser Perlpolymerisate mit möglichst einheitlicher Teilchengröße wird der Monomerstrom in die wässrige Phase eingedüst, wobei durch schwingungsangeregten Strahlzerfall und/oder Mikroverkapselung der entstandenen Monomertröpfchen die Erzeugung von Tröpfchen gleichmäßiger Größe unter Vermeidung von Koaleszenz gewährleistet wird (EP 0 046 535 B1 und EP 0 051 210 B1).

Die Polymerisationstemperatur richtet sich nach der Zerfallstemperatur des eingesetzten Initiators. Sie liegt im allgemeinen zwischen 50 und 150°C, vorzugsweise zwischen 55 und 100°C. Die Polymerisation dauert 0,5 bis einige Stunden. Es hat sich bewährt, ein Temperaturprogramm anzuwenden, bei dem die Polymerisation bei  
5 niedriger Temperatur, z.B. 60°C, begonnen und die Reaktionstemperatur mit fortschreitendem Polymerisationsumsatz gesteigert wird.

Die resultierenden Perlpolymerisate können als solche oder aber über eine durch ein sogenanntes seed/feed-Verfahren zugängliche Zwischenstufe mit vergrößerter Teilchengröße der Funktionalisierung zugeführt werden. Ein seed/feed-Verfahren beinhaltet die Verfahrensschritte, das ursprünglich erhaltene Polymerisat ("seed") mit  
10 copolymerisierbaren Monomeren anzuquellen ("feed") und das in das Polymerisat eingedrungene Monomer zu polymerisieren. Geeignete seed/feed-Verfahren werden beispielsweise in den EP 0 098 130 B1, EP 0 101 943 B1 oder EP 0 802 936 B1 be-  
15 schrieben.

Damit die erfindungsgemäß zu verwendenden monodispersen Ionenaustauscher die makroporöse Struktur erhalten setzt man der Monomer/Vernetzer-Mischung Porenogene zu, wie sie beispielsweise bei Seidl et al., Adv. Polym. Sci., Vol. 5 (1967),  
20 S. 113 bis 213, beschrieben sind, z.B. aliphatische Kohlenwasserstoffe, Alkohole, Ester, Ether, Ketone, Trialkylamine, Nitroverbindungen, vorzugsweise Hexan, Octan, Isooctan, Isododecan, Isodecan, Methylisobutylketon oder Methylisobutylcarbinol, in Mengen von 1 bis 150 Gew.-%, vorzugsweise 40 bis 100 Gew.-%, insbesondere 50 bis 80 Gew.-%, bezogen auf die Summe von Monomer und Vernetzer.

25

Makroporöse Perlpolymerisate haben Porendurchmesser von ca. 50 Angström und größer.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass gelförmige und makroporöse  
30 monodisperse Anionenaustauscher auf Styrol Divinylbenzol Basis Zuckerlösungen

weitgehender entfärben und entsalzen können, als vergleichbare heterodisperse Anionenaustauscher.

### Untersuchungsmethoden

Die erfindungsgemäß zu verwendenden monodispersen Anionenaustauscher im Folgenden als Adsorberharze bezeichnet (1 Harzvolumen = 1 Bettvolumen [BV]) werden in ein beheizbares Glasfilterrohr beispielsweise mit G0-Glasfritte, eingespült.  
Das Harzbett wurde 15 Minuten lang rückgespült, um eine übliche Klassierung der Harzkugeln soweit notwendig einzustellen und das Harzbett von etwaigen Bruchstücken zu befreien.

10 Nach Aufheizen des Systems auf die gewünschte Versuchstemperatur von 55°C bis 85°C wird die zu entfärbende wässrige Zuckerlösung in einer möglichen Konzentration zwischen 5 – 72 % Trockensubstanzgehalt an Zucker und einem Farbgehalt von 50 – 3000 Icumsa über das Adsorberharzbett in der Beladungsrichtung von oben nach unten oder in umgekehrter Fließrichtung filtriert. Bei einer Aufstrombeladung ist die Ausbildung eines Festbettes anzustreben. Die Filtrationsgeschwindigkeit während der Entfärbung beträgt 1 – 5 Bettvolumen/ Stunde). Das in dieser Anordnung entfärbbare Zuckerlösungsvolumen ist abhängig vom Farbgehalt der Ausgangslösung. Je nach Farbgehalt sind 50 - 200 Bettvolumen pro Zyklus möglich.

20 Nach Durchsatz der zur Entfärbung vorgesehenen Zuckerlösung wird das Adsorberharz mit vollentsalztem Wasser abgesüßt, das heißt von Zucker befreit. Dabei schiebt die von oben eingespeiste Wasserfront die spezifisch schwerere Zuckerlösung aus dem Filter heraus, bis dass kein Zucker (Trockensubstanzgehalt = 0) im Auslauf des  
25 Filters mehr nachzuweisen ist. Die Fließgeschwindigkeit beim Absüßen entspricht der Fließgeschwindigkeit, die während der Beladung eingestellt worden war. Das zum Absüßen erforderliche Wasservolumen, eine für die Zuckerindustrie wichtige Kennzahl, beträgt je nach Adsorberharz 2-4 BV.

30 Im Anschluss wird das Adsorberharz mit 2 BV einer alkalischen Kochsalzlösung in der Konzentration 10 % NaCl und 1-2 % NaOH regeneriert und dabei von in der

Vorbeladung aufgenommenen Zuckerfarben befreit. Die Regenerierlösung wird innerhalb einer Stunde durch das Harzbett filtriert und danach mit vollentsalztem Wasser bei gleicher Fließgeschwindigkeit verdrängt und die Restchemikalien ebenfalls mit VE-Wasser bis pH 7 ausgewaschen. Das hierzu erforderliche Wasservolumen wird ermittelt.

Nach Ablauf dieses Zyklus ist das Adsorberharz für die nächste Entfärbung bereit.

#### Berechnung ICUMSA

10

(Fotometrische Farbmessung bei 420 nm Wellenlänge)

15

$$\text{Farbe in Icumsa} = 1000 \cdot E_{\text{Koe}}$$

$$E_{\text{Koe}} = 100 \times \frac{\text{Ext.}}{l \times \% \text{ TS} \times D}$$

20

$$E_{\text{Koe}} = \text{Extinktionskoeffizient in cm}^2/\text{g}$$

$$\text{Ext.} = \text{Extinktion bei 420 nm Wellenlänge}$$

$$l = \text{Schichtlänge der Küvette in cm}$$

$$\% \text{ TS} = \text{Trockensubstanzgehalt in \%}$$

$$D = \text{Dichte in g/cm}^3$$

**Beispiel****Tabelle 1** Entfärbung von Zuckerlösungen mit monodispersen und heterodispersen Anionenaustauschern

5

Bettvolumen	Harz A Monodisperser gelförmiger stark basischer Anionenaustauscher	Harz B heterodisperser gelförmiger stark basischer Anionenaustauscher	Harz C monodisperser makroporöser stark basischer Anionenaustauscher	Harz D heterodisperser makroporöser stark basischer Anionenaustauscher
5	91,8	79,0	88,8	86,5
10	91,6	72,0	88,7	86,3
55	82,4	53,0	77,1	74,0
65	80,3	50,1	74,7	71,4
72	79,0	47,2	72,4	69,0

In Spalte 1 von Tabelle 1 ist die Flüssigkeitsmenge in Bettvolumen an zu entfärbender Rübenzuckerlösung angegeben, die über die Harze A bis D filtriert wird.

10 Die zu entfärbende Rübenzuckerlösung hat einen Farbgehalt von 1000 Icumsa, eine Temperatur von 75°C, eine Trockensubstanz von 65 %. Die Beladung erfolgt mit einer spezifischen Belastung von 3 Bettvolumen pro Stunde, die Gesamtbeladungsdauer beträgt 24 Stunden.

15 In den Spalten 2 bis 5 von Tabelle 1 sind für die genannten Harze die prozentuale Entfärbung vom Zulauf an zu entfärbenden Rübenzuckerlösung angegeben.

Die monodispersen gelförmigen und makroporösen stark basischen Anionenaustauscher zeigen deutliche bessere Entfärbungsleistungen als die vergleichbaren heterodispersen Typen.

20

In Tabelle 2 sind für die monodispersen gelförmigen und makroporösen stark basischen Anionenaustauscher sowie den heterodispersen stark basischen, makroporösen Anionenaustauscher die Wassermengen angegeben, die als Rinsewasser, als Sweet on bzw. Sweet off Wasser benötigt werden.

5

Sweet on Wassermenge: der zur Entfärbung vorbereitete Ionenaustauscher wird mit einer Zuckerlösung vorgegebener Konzentration zum Beispiel 60 Brix solange beaufschlagt, bis die Zucker-Konzentration im Zulauf gleich der im Ablauf ist.

Die hierzu benötigte Wassermenge ist gleich der sweet on Wassermenge.

10

Sweet off Wassermenge: nach Durchsatz der zur Entfärbung vorgesehenen Zuckerlösung wird das Adsorberharz mit voll entsalztem Wasser abgesüßt, das heißt von Zucker befreit. Dabei schiebt die von oben eingespeiste Wasserfront die spezifisch schwerere Zuckerlösung aus dem Filter heraus, bis kein Zucker (Trockensubstanzgehalt gleich null ) im Ablauf des Filters mehr nachzuweisen ist.

15

Das zum Absüßen erforderliche Wasservolumen ist die sweet off Wassermenge.

Rinsewasser: nach Abschluss der Beladung des Harzes mit Zuckerlösung wird das Harz mit 2 Bettvolumen einer alkalische Kochsalzlösung regeneriert. Mit vollentsalztem Wasser werden die Reste der Regenerierchemikalien ausgewaschen.

20

Die hierfür benötigte Wassermenge ist das Rinsewasser .

**Tabelle 2** Rinsewasser sweet on sweet off Wassermengen bei der Zuckersaftentfärbung

25

	Lewatit Mono Plus®	Lewatit Mono Plus®	Lewatit®
	M 500	MP 500	MP 500
Rinsewasser in Bettvolumen	2,25	2,75	4,0
Sweet on in Bettvolumen	1,25	1,25	1,5
Sweet off in Bettvolumen	1,25	1,75	2,0

Die beiden monodispersen Harze benötigen deutlich weniger Wasser als ein heterodisperser stark basischer, makroporöser Anionenaustauscher.

- 5 Der monodisperse gelförmige stark basische Anionenaustauscher benötigt nochmals weniger Wasser für die genannten Prozesse als der monodisperse, makroporöse stark basische Anionenaustauscher.

**Patentansprüche**

1. Verwendung von Ionenaustauschern zur Entfärbung von Zuckersäften, dadurch gekennzeichnet, dass dafür monodisperse Anionenaustauscher eingesetzt werden.  
5
2. Verwendung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die monodispersen Anionenaustauscher als mikroporöse oder gelförmige bzw. makroporöse Perlpolymerisate eingesetzt werden.
- 10 3. Verwendung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die monodispersen Anionenaustauscher mit primären oder tertiären Aminogruppen oder quartären Aminogruppen oder deren Gemischen funktionalisiert sind.
- 15 4. Verwendung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die monodispersen Anionenaustauscher aus vernetzten Polymerisaten ethylenisch einfach ungesättigter Monomere bestehen.
- 20 5. Verfahren zur Entfärbung von Zuckersäften, dadurch gekennzeichnet, dass monodisperse Anionenaustauscher eingesetzt werden.
- 25 6. Verfahren gemäß Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass man die zu verwendenden monodispersen Anionenaustauscher in ein beheizbares Glasfilterrohr einspült, das System auf 55°C bis 85°C aufheizt, die zu entfärbende wässrige Zuckerlösung über das Adsorberharzbett in der Beladungsrichtung von oben nach unten oder in umgekehrter Fließrichtung filtriert, danach das Adsorberharz mit vollentsalztem Wasser ablässt und schließlich das Adsorberharz regeneriert.

Zuckersaftentfärbung mittels monodisperser Anionenaustauscher

Z u s a m m e n f a s s u n g

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfärbung von Zuckersäften mittels monodisperser Ionenaustauscher, bevorzugt Anionenaustauscher, sowie die Verwendung derselben zur Zuckersaftentfärbung.